

Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT/EP2003/007985



Rec'd PCT/PTO 21 JAN 2005 PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference B02/0105PC	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP2003/007985	International filing date (day/month/year) 22 July 2003 (22.07.2003)	Priority date (day/month/year) 23 July 2002 (23.07.2002)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C07D 301/32, B01D 3/32		
Applicant BASF AKTIENGESELLSCHAFT		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2. This REPORT consists of a total of 5 sheets, including this cover sheet.

☒ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of 2 sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 20 February 2004 (20.02.2004)	Date of completion of this report 19 November 2004 (19.11.2004)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP2003/007985

I. Basis of the report

1. With regard to the elements of the international application:*

- ☐ the international application as originally filed
- ☒ the description:
pages _____ 1-18 _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☒ the claims:
pages _____, as originally filed
pages _____, as amended (together with any statement under Article 19
pages _____, filed with the demand
pages _____ 1-10 _____, filed with the letter of _____ 22 July 2004 (22.07.2004)
- ☒ the drawings:
pages _____ 1-3 _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the sequence listing part of the description:
pages _____, as originally filed
pages _____, filed with the demand
pages _____, filed with the letter of _____

2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.
These elements were available or furnished to this Authority in the following language _____ which is:
- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**

* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

** Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.
PCT/EP 03/07985

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-10	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-10	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-10	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

The amendments are in conformity with PCT Article 34(2)(b).

1. This report makes reference to the following documents:

D1: US 3 574 772

D2: KAIBEL G: 'DISTILLATION COLUMNS WITH VERTICAL PARTITIONS' CHEMICAL ENGINEERING AND TECHNOLOGY, WEINHEIM, DE, Vol. 10, 1987, pages 92-98

2. The subject matter of claims 1 to 9 is novel (PCT Article 33(2)).

D1 describes a method of producing propylene glycol from propylene oxide, the raw propylene glycol being obtained by distillation at the side discharge point (cf. figure 2).

The subject matter of the current claim 1 differs from D1 in that the propylene glycol-containing mixture is the waste water flow from the epoxidizing reaction, and in that a partition column is used for separation purposes, propylene glycol being obtained

at the side discharge point. Therefore the subject matter of claim 1 is novel.

3. The subject matter of claims 1 to 9 involves an inventive step (PCT Article 33(3)).

D1 represents the closest prior art (see above).

The technical problem addressed by the present application is considered to be that of devising an alternative method of obtaining propylene glycol.

D2 indicates the advantages of partition columns versus conventional distillation columns (cf. abstract).

A combination of D1 and D2 would not point a person skilled in the art in the direction of the claimed method in which the propylene glycol is obtained from the waste water flow of an epoxidizing process using a partition column. Therefore the application appears to involve an inventive step.

4. The subject matter of claim 10 is novel and involves an inventive step (PCT Article 33(2) and (3)).

The subject matter of claim 10 concerns a device that has been developed especially to carry out the inventive method. Therefore claim 10 likewise involves an inventive step.

Observation

The term "partition column" does not appear to cover the technically related term "thermally coupled columns".

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP 03/07985

Therefore the "thermally coupled columns" should already
be mentioned as an alternative in claim 1.

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

Rec'd PCT/PTO 21 JAN 2005 PCT

REC'D 22 NOV 2004

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts B02/0105PC	WEITERES VORGEHEN siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/PEA/416)	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/07985	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 22.07.2003	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 23.07.2002
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C07D301/32		
Anmelder BASF AKTIENGESELLSCHAFT		

1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.



2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.

- ☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

Diese Anlagen umfassen insgesamt 2 Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Bescheids
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Regel 66.2 a)ii) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☐ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☐ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags 20.02.2004	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 19.11.2004
Name und Postanschrift der mit der internationalen Prüfung beauftragten Behörde  Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter Grassi, D Tel. +49 89 2399-8499 

I. Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):

Beschreibung, Seiten

1-18 in der ursprünglich eingereichten Fassung

Ansprüche, Nr.

1-10 eingegangen am 22.07.2004 mit Schreiben vom 22.07.2004

Zeichnungen, Blätter

1-3 in der ursprünglich eingereichten Fassung

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um:

- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- ☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung, Seiten:
- ☐ Ansprüche, Nr.:
- ☐ Zeichnungen, Blatt:

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/07985

5. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen.)

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung
- | | |
|--------------------------------|---------------------|
| Neuheit (N) | Ja: Ansprüche 1-10 |
| | Nein: Ansprüche |
| Erfinderische Tätigkeit (IS) | Ja: Ansprüche 1-10 |
| | Nein: Ansprüche |
| Gewerbliche Anwendbarkeit (IA) | Ja: Ansprüche: 1-10 |
| | Nein: Ansprüche: |

2. Unterlagen und Erklärungen:

siehe Beiblatt

Zu Punkt V

0) Die Änderungen sind im Einklang mit Artikel 34(2)b PCT.

1) In diesem Bescheid werden die folgenden Dokumente (D) genannt:

D1: US 3 574 772

D2: KAIBEL G: 'DISTILLATION COLUMNS WITH VERTICAL PARTITIONS'
CHEMICAL ENGINEERING AND TECHNOLOGY, WEINHEIM, DE, Bd. 10,
1987, Seiten 92-98

2) Der Gegenstand der Ansprüche 1-9 ist neu (Artikel 33(2) PCT).

D1 und beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Propylenglykol aus Propylenoxid wobei das rohe Propylenglykol destillativ am Seitenabzug erhalten wird (vgl. Fig. 2).

Der Gegenstand des vorliegenden Anspruchs 1 unterscheidet sich von D1 dadurch, daß das Propylenglykol-enthaltende Gemisch der Abwasserstrom aus der Epoxidierungsreaktion ist und daß zur Abtrennung eine Trennwandkolonne eingesetzt wird, wobei Propylenglykol am Seitenabzug erhalten wird. Daher ist der Gegenstand von Anspruch 1 neu.

3) Der Gegenstand der Ansprüche 1-9 beruht auf einer erfinderischen Tätigkeit (Artikel 33(3) PCT).

D1 stellt den nächstliegenden Stand der Technik dar (vgl. oben).

Als technische Aufgabe der vorliegenden Anmeldung wird die Bereitstellung eines alternativen Verfahrens zur Gewinnung von Propylenglykol gesehen.

Die D2 lehrt die Vorteile von Trennwandkolonnen gegenüber konventionellen Destillationskolonnen (vgl. Zusammenfassung).

Die Kombination von D1 und D2 weist den Fachmann noch nicht auf das beanspruchte Verfahren hin, bei dem das Propylenglykol mittels Trennwandkolonne aus dem Abwasserstrom eines Epoxidierungsprozesses gewonnen wird. Daher scheint eine erfinderische Tätigkeit gegeben zu sein.

- 4) Der Gegenstand des Anspruchs 10 ist neu und beruht auf einer erfinderischen Tätigkeit (Artikel 33(2 und 3) PCT).

Der Gegenstand von Anspruch 10 bezieht sich auf eine Vorrichtung, die zur Ausführung des erfinderischen Verfahrens besonders entwickelt wurde.
Daher beruht auch Anspruch 10 auf einer erfinderischen Tätigkeit.

Bemerkung

Der Begriff 'Trennwandkolonne' scheint die technisch verwandten 'thermisch gekoppelten Kolonnen' nicht zu umfassen. Daher sollte die 'thermisch gekoppelten Kolonnen' bereits in Anspruch 1 als Alternative genannt werden.

Neue Patentansprüche

5

1. Kontinuierlich betriebenes Verfahren zur Reindestillation des bei der Synthese von Propylenoxid als Nebenprodukt anfallenden 1,2-Propylenglykols, dadurch gekennzeichnet, dass das bei der Synthese entstehende Gemisch, das das 1,2-Propylenglykol enthält, in einer Trennwandkolonne in eine Leicht-, Mittel- und Hochsiederfraktion aufgetrennt und am Seitenabzug der Kolonne 1,2-Propylenglykol als Mittelsieder entnommen wird.
10
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwandkolonne aus mindestens zwei thermisch gekoppelten Kolonnen besteht.
15
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwandkolonne 15 bis 60 theoretische Trennstufen besitzt.
- 20 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Kopfdruck in der Trennwandkolonne 5 bis 500 mbar beträgt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Destillationstemperatur am Seitenabzug der Trennwandkolonne 50 bis 200 °C beträgt.
25
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Summe der Schlüsselkomponenten im gereinigten 1,2-Propylenglykol kleiner als 1 Gew.-% ist, wobei die Summe aus 1,2-Propylenglykol und Schlüsselkomponenten 100 Gew.-% beträgt.
30
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das das 1,2-Propylenglykol enthaltende Gemisch hergestellt wird durch ein Verfahren umfassend wenigstens die Schritte (i) bis (iii):
35
 - (i) Umsetzung des Hydroperoxids mit Propylen unter Erhalt eines Produktgemisches, umfassend Propylenoxid und nicht umgesetztes Hydroperoxid,

- (ii) Abtrennung des nicht umgesetzten Hydroperoxids aus der aus Stufe (i) resultierenden Mischung,
- (iii) Umsetzung des abgetrennten Hydroperoxids aus Stufe (ii) mit Propylen.

- 5 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass in Stufe (i) ein isothermer Festbettreaktor und in Stufe (iii) ein adiabatischer Festbettreaktor sowie in Stufe (ii) eine Abtrennapparatur verwendet wird.
- 10 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass als Hydroperoxid Wasserstoffperoxid verwendet und Propylen während der Reaktion in Kontakt mit einem heterogenen Katalysator gebracht wird.
- 15 10. Vorrichtung zur Durchführung eines kontinuierlich betriebenen Verfahrens zur Reindestillation des bei der Synthese von Propylenoxid mit Hydroperoxid und Propylen als Nebenprodukt anfallenden 1,2-Propylenglykols, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung wenigstens einen isothermen und einen adiabatischen Festbettreaktor sowie eine Abtrennapparatur, in der nicht umgesetztes Hydroperoxid abgetrennt wird, und wenigstens eine Trennwandkolonne zur Reindestillation des 1,2-Propylenglykols umfasst, die mit einem Zulauf versehen ist, über den 1,2-Propylenglykol enthaltendes Abwasser aus der Propylenoxidsynthese in die Trennwandkolonne eingebracht wird, und wobei in dem isothermen Reaktor eine Umsetzung von Propylen mit Hydroperoxid unter Erhalt eines Produktgemisches, umfassend Propylenoxid und nicht umgesetztes Hydroperoxid, durchgeführt wird, und wobei in dem adiabatischen Reaktor das abgetrennte Hydroperoxid mit Propylen umgesetzt wird.
- 20